PAT-NO:

JP410245410A

DOCUMENT-IDENTIFIER:

JP 10245410 A

TITLE:

PRODUCTION OF PLASTIC OPTICAL FIBER, AND PLASTIC OPTICAL

FIBER PRODUCED THEREBY

----- KWIC -----

Abstract Text - FPAR (2):

SOLUTION: In this method for **producing a plastic optical fiber** consisting of a clad layer and two or more core layers, each formed by polymerization of a resin molding material, the resin molding material comprises one or more types of monomers, a chain transfer agent and polymerization initiator, and the concentration of each of the chain transfer agent and polymerization initiator is changed within a range of 0.001 to 1mol% based on the total quantity of the monomer(s) and adjusted in such a way as to set the **difference between the glass transition temperature** (T<SB>g</SB>) of the layer having the highest T<SB>g</SB> level and that of the layer having the lowest T<SB>g</SB> level at 5 to 50°C, preferably 5 to 30°C.

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-245410

(43)公開日 平成10年(1998) 9月14日

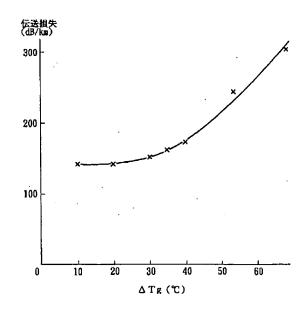
| (51) Int.Cl. ⁸ | | 識別記号 | FΙ | | | | |
|---------------------------|----------|----------------|---------|------------|------------------|----------------|---------|
| C08F | 2/38 | | C08F | 2/38 | | | |
| | 2/00 | | | 2/00 | 1 | В | |
| G 0 2 B | 6/00 | 366 | G 0 2 B | 6/00 | 366 | | |
| | 6/18 | • | | 6/18 | | | |
| | | | 審查請求 | 未請求 | 請求項の数9 | OL | (全 9 頁) |
| (21)出願番号 | } | 特顧平9-49383 | (71)出願人 | 0000021 | 130 | | |
| | | | | 住友電影 | 瓦工業株式会社 | | |
| (22)出願日 | | 平成9年(1997)3月4日 | | 大阪府 | 大阪市中央区北沿 | 英四丁目 | 5番33号 |
| | | | (72)発明者 | 藤井 | 隆志 | | |
| | | | | 神奈川。 | 具横浜市栄区田 4 | 谷町1番 | 地 住友電 |
| | | | | 気工業権 | 朱式会社横浜製作 | 作所内 | |
| | | | (72)発明者 | 細谷(| 发 史 | | |
| | | | | 神奈川県 | 具横浜市染区田4 | 谷町1番 | 地 住友電 |
| | | | | 気工業 | 朱式会社横浜製作 | 作所内 | |
| | | | (72)発明者 | 池知 原 | 森紀 | | |
| | | | | 神奈川」 | 具横浜市栄区田4 | 许町1番 | 地 住友電 |
| | | | | 気工業 | 株式会社横浜製作 | 作所内 | |
| | | | (74)代理人 | 弁理士 | 長谷川 芳樹 | <i>(\$</i> 1.3 | 名) |
| | | | | 最終頁に続く | | | |
| | | | | | | | |

(54) 【発明の名称】 プラスチック光ファイバの製造方法及び該方法により製造されるプラスチック光ファイバ

(57)【要約】

【課題】 本発明の目的は、より良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバの製造方法を提供することである。

【解決手段】 本発明は、樹脂成形材料の重合により形成されるクラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファイバの製造方法において、樹脂成形材料が1又は複数のモノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含有し、かつ該モノマーの全量100モルに対して該連鎖移動剤を0.001モル~1モルの範囲内にてをして重合開始剤を0.001~1モルの範囲内にて変化させることにより、最大のTg(ガラス転移温度)を有する層のTgと最少のTgを有する層のTgの差が5~50℃、好ましくは5~30℃になるように該連鎖移動剤及び重合開始剤の含有量を調整することを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法である。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 樹脂成形材料の重合により形成されるク ラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファ イバの製造方法において、樹脂成形材料が1又は複数の モノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含有し、かつ該 モノマーの全量100モルに対して該連鎖移動剤を0. 001モル~1モルの範囲内にてそして重合開始剤を 0.003~3モルの範囲内にて変化させることによ り、最大のTg(ガラス転移温度)を有する層のTgと 最少のTgを有する層のTgの差が5~50℃になるよ 10 【0002】 うに該連鎖移動剤及び該重合開始剤の含有量を調整する ことを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法。 【請求項2】 前記Tgの差が5~30℃であることを 特徴とする請求項1に記載のプラスチック光ファイバの 製造方法。

【請求項3】 隣接する層間のTgの差が、5~20℃ であることを特徴とする請求項1又は2に記載のプラス チック光ファイバの製造方法。

【請求項4】 隣接する層間のTgの差が、5~10℃ あることを特徴とする請求項3に記載のプラスチック光 20 ファイバの製造方法。

【請求項5】 各層のTgが、外側の層にいくに従って 高くなることを特徴とする請求項1~4のいずれか一つ に記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項6】 前記連鎖移動剤が、n-ブチルメルカプ タン、n-ペンチルメルカプタン及びn-オクチルメル カプタンからなる群より選ばれることを特徴とする請求 項1~5のいずれかに記載のプラスチック光ファイバー の製造方法。

【請求項7】 前記重合開始剤が、tーブチルペルオキ 30 シプロピルカーボネート、tーブチルペルオキシアセテ ート、ジャーブチルペルオキサイド及び過酸化ベンゾイ ルからなる群より選ばれることを特徴とする請求項1~ 6のいずれかに記載のプラスチック光ファイバーの製造 方法。

【請求項8】 樹脂成形材料の重合により形成されるク ラッド層及び複数のコア層からなるプラスチック光ファ イバの製造方法において、樹脂成形材料が1又は複数の モノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含有し、そして トを含有しており、かつ該モノマーの全量100モルに 対して該連鎖移動剤を0.001モル~1モルの範囲内 にてそして重合開始剤を0.003~3モルの範囲内に て変化させ及び該ドーパントの種類及び/又は含有量を 変化させることにより、最大のTg(ガラス転移温度) を有する層のTgと最少のTgを有する層のTgの差が 5~30℃となるように調整されることを特徴とするプ ラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項9】 請求項1~8のいずれか一つに記載のプ

ラスチック光ファイバ。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明はプラスチック光ファ イバの製造方法及び該製造方法により製造されるプラス チック光ファイバに関する。特には、本発明は層を形成 するプラスチック樹脂間のTgの差が特定の範囲内とな るようにすることを特徴とするプラスチック光ファイバ ーの製造方法に関する。

【従来の技術】一般に、プラスチック光ファイバは、径 方向に沿って単調に変化する屈折率分布を持ったプラス チック光ファイバ母材を製造し、これを線引することで 作製することができる。このような母材を構成するプラ スチック光ファイバの重合方法としては、共重合反応を 利用する方法(特開昭61-130904号公報、特開 昭60-119509号公報、特開昭57-18500 1号公報及び特開平4-97302号公報に記載の方 法)が知られている。

【0003】このうち、特開昭61-130904号公 報には、共重合体を構成すべき二種類の単量体の反応性 比の差を利用して、径方向に滑らかに変化する屈折率分 布を形成する方法が開示されている。また、特開昭60 -119509号公報には、重合体を数段階で内付けす ることによりクラッド及びコアを形成する方法が開示さ れている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、より 良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバを製造 する方法を提供することである。

[0005]

【問題を解決するための手段】本発明者らは、従来の方 法により製造されたプラスチック光ファイバー母材は、 所望の屈折率分布を有する一方、それを高温に曝し線引 きしてプラスチック光ファイバを製造する際に、層間の ガラス転移温度の違いに起因して微小な発泡が生じ、結 果として良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイ バが得られにくいという欠点があることを見いだした。 【0006】そこで本発明者らは、クラッド層及び複数 少なくとも一つの層を形成する樹脂成形材料がドーパン 40 のコア層からなるプラスチック光ファイバの製造方法に おいて、各層間のTgの差を特定の範囲に調整すること により、線引きの際に生じる問題を回避し、良好な伝送 特性を有するプラスチック光ファイバを製造できること を見いだし本発明を完成させた。

[0007]

【発明の実施の形態】本発明は、樹脂成形材料の重合に より形成されるクラッド層及び複数のコア層からなるプ ラスチック光ファイバの製造方法において、樹脂成形材 料が1又は複数のモノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤 ラスチック光ファイバの製造方法を用いて製造されたプ 50 を含有し、かつ該モノマーの全量100モルに対して該 連鎖移動剤を0.001モル~1モルの範囲内にてそし て重合開始剤を0.003~3モルの範囲内にて変化さ せることにより、最大の丁g (ガラス転移温度)を有す る層のTgと最少のTgを有する層のTgの差が5~5 0℃、好ましくは5~30℃になるように該連鎖移動剤 及び重合開始剤の含有量を調整することを特徴とするプ ラスチック光ファイバの製造方法である。

【0008】本発明はまた、プラスチック光ファイバの 隣接する層間のTgの差が、5~20℃、好ましくは5 ~10℃あることを特徴とする前記の製造方法である。 【0009】本発明はまた、樹脂成形材料の重合により 形成されるクラッド層及び複数のコア層からなるプラス チック光ファイバの製造方法において、樹脂成形材料が 1又は複数のモノマー、連鎖移動剤及び重合開始剤を含 有し、そして少なくとも一つの層を形成する樹脂成形材 料がドーパントを含有しており、かつ該モノマーの全量 100モルに対して該連鎖移動剤を0.001モル~1 モルの範囲内にてそして重合開始剤を0.003~3モ ルの範囲内にて変化させ及び該ドーパントの種類及び/ 又は含有量を変化させることにより、最大のTg(ガラ 20 ス転移温度)を有する層のTgと最少のTgを有する層 のTgの差が5~50℃、好ましくは5~30℃となる ように調整されることを特徴とするプラスチック光ファ イバの製造方法である。

【0010】上記いずれかの方法において、本発明の特 に好ましい態様では、プラスチック光ファイバの各層の Tgが、外側の層にいくに従って高くなるようにプラス チック光ファイバが製造される。

【0011】また、本発明のプラスチック光ファイバの クラッド層の樹脂成形材料としてワニスポリマーを用い るのが好ましい。

【0012】本発明のプラスチック光ファイバの製造方 法においては、上記いずれかの製造方法において少なく とも一つの層が共重合体であるように樹脂成形材料を調 整することが好ましい。

【0013】本発明のプラスチック光ファイバの製造方 法においては、上記いずれかの製造方法において少なく とも一つの層がホモポリマーであるように樹脂成形材料 を調整することが好ましい。

【0014】本発明はまた、上記のいずれかの製造方法 により製造されるプラスチック光ファイバである。

【0015】以下、本発明のプラスチック光ファイバの 製造方法及び該製造方法により製造されるプラスチック 光ファイバを詳細に説明する。

【0016】<ガラス転移温度の測定方法>本発明にお いて各層のガラス転移温度の測定は、DSC測定装置 (MAC SCIENCE社製、モデルDSC310 0)を用い、試料重量を50mg、昇温速度10℃/分

時の熱量変化率が階段状を示す部分(図1中のAの部 分)のそれぞれに対する接線(接線1及び接線2)を求 め、その2つの接線の交点が示す温度をTgとした。図 1中においては、Xがガラス転移温度である。

【0017】本発明の製造方法により得られるプラスチ ック光ファイバにおいては、最大のTg(ガラス転移温 度) を有する層のTgと最少のTgを有する層のTgの 差は5~50℃、好ましくは5~30℃、更に好ましく は5~20℃である。本発明においては、最大のTgを 10 有する層はいずれの層であってもかまわないが、好まし くは最外層である。 プラスチック光ファイバの最大の Tgを有する層のTgと最小のTgを有する層のTgの 差(以下、単に最大のTgと最小のTgの差という場合 あり)が、50℃より大きいと、線引きの際に微小な発 泡を生じ、その結果、伝送特性が悪化する。一方、前記 Tgの差が、5℃より小さいと、外側の層が内側の層か らずれ落ちる場合があり好ましくない。

【0018】本発明の製造方法により得られるプラスチ ック光ファイバにおいては、隣接する層間のTgの差 は、5~ 20℃、好ましくは5~10℃である。隣接 する層間のTgの差が20℃を超えると線引きの際に微 小な発泡を生じ、その結果伝送特性が悪化する。一方、 Tgの差が5℃未満であると、外側の層が内側の層から ずれ落ちる場合があり好ましくない。

【0019】本発明製造方法により得られるプラスチッ ク光ファイバにおいては、最大のTg(ガラス転移温 度)を有する層のTgと最少のTgを有する層のTgの 差が5~50℃、好ましくは5~30、更に好ましくは 5~20℃であり、かつ隣接する層間のTgの差が、5 製造方法においては、上記いずれかの製造方法において 30 ~ 20℃、好ましくは5~10℃であるのが特に良好 な伝送特性を得られるので好ましい。

> 【0020】本発明のプラスチック光ファイバにおいて は、各層のTgが、外側にいくに従って高くなることが 好ましい。これにより、より良好な伝送特性を得ること ができる。

【0021】本発明の製造方法において用いられる樹脂 成形材料に含有させるモノマーとしては、プラスチック 光ファイバーの製造に一般に用いられるモノマーが満足 に使用されうる。例えば、メタクリル酸アルキル、例え 40 ばメタクリル酸メチル (MMA)、フタル酸ベンジル n ーブチル(BBP)、アクリル酸フルオロアルキル、例 えばアクリル酸イソプロピルあるいはこれらのフルオロ 化合物、例えば、2-フルオロアクリル酸メチル (MF A)、2-フルオロアクリル酸2,2,2-トリフルオ ロエチル (3FFA)、1, 1, 1, 3, 3, 3-へキ サフルオロイソプロピルメタクリレート、2-フルオロ アクリル酸1.1-ジハイドロパーフルオロプロピル (5FFA)、2-フルオロアクリル酸ヘキサフルオロ イソプロピル (HFIP12-FA)、2-フルオロア の条件にて測定した。ガラス転移温度は、1度目の昇温 50 クリル酸ノナフルオロモーブチル、メタクリル酸2,

5

2、2ートリフルオロエチル等をあげることができる。 上記のモノマーのうち、メタクリル酸アルキルが、重合性(ラジカル重合にて簡単に製造できる)、透明性、強度及びコストの点より好ましく、また、フッ素系モノマーが伝送損失を低くすることができる点で好ましい。特には、本発明においては、ロッドの成分が、メタクリル酸アルキル、たとえばメタクリル酸メチルを、又はフッ素系モノマー、例えばα-フルオロアクリル酸を50重量%以上の含有量にて含む重合体からなることが好ましい。

【0022】本発明で用いる樹脂成形材料においては、上記モノマーの一種のみを用いて、ホモボリマーよりなる層を製造することが可能である。本発明の製造方法においては、少なくとも一つの層がホモボリマーであることが線引きが容易となりかつ最終製品のプラスチック光ファイバにおいて伝送損失を低減できるので好ましい。【0023】本発明で用いる樹脂成形材料においては、上記ボリマーの一種のみを用いて、ホモボリマーよりなる層を製造することが可能である。本発明の製造方法においては、少なくとも一つの層がホモボリマーからなるように製造されることが線引きが容易となりかつ最終製品のプラスチック光ファイバにおいて伝送損失を低減できるので好ましい。

【0024】本発明で用いる樹脂成形材料においては、上記ポリマーを2種以上用いて、共重合体よりなる層を製造することが可能である。本発明の製造方法においては、少なくとも一つの層が共重合体からなるように製造されるこが線引きが容易となりかつ最終製品のプラスチック光ファイバにおいて伝送損失を低減できるので好ましい。

【0025】本発明の製造方法においては、少なくとも一つの層がホモポリマーからなりかつ少なくとも一つの層が共重合体からなるように製造されるこが、線引きが特に容易となりかつ最終製品のプラスチック光ファイバにおいて伝送損失をよりよく低減できるので特に好ましい。

【0026】本発明の製造方法において、共重合体を含有する樹脂成形材料を用いる場合は、上記のモノマーのうちから相溶性の良好なものを選択することにより行われらる。このような相溶性の良好なモノマーの組み合われらる。このような相溶性の良好なモノマーの組み合われて、例えばメチルメタクリレートと2、2、2ートリフルオロエチルメタクリレート、メチルメタクリレートと1、1、1、3、3、3ーへキサフルオロイソプロピルメタクリレートを2、2、2ートリフルオロイソプロピルメタクリレート等の組み合わせを挙げることができ、これらのモノマーの共重合比を変えることによりてまるにより、よな伝送特性に調節する場合、一層のみに共重合体を用いることも複ができる。

数層に共重合体を用いることも可能である。

【0027】上記のモノマーを含有する樹脂成形材料を 重合して層を形成するが、重合のための加温は、開始剤 の開裂が起こる温度であれば特に制限はないが、例えば 50~150℃で行われる。前記範囲の上限を超えると 発泡する場合があり、一方、前記範囲の下限より低いと 硬化が遅いという欠点を有する。

6

【0028】本発明の製造方法においては、樹脂成形材料に連鎖移動剤及び重合開始剤を含有させ、かつその含有量を調整することによりTgの値を調整する。樹脂成形材料に含有させる連鎖移動剤の量は、樹脂成形材料中の一又は複数のモノマーの全量に100モルに対して、上限は1モル、好ましくは0.3モルであり、一方下限は0.001モル、好ましくは0.03モルである。連鎖移動剤の含有量が上記の上限を超えると、得られるプラスチック樹脂が線引しにくいという欠点を有し、一方上記の下限未満だと線引時に断線しやすいという欠点を有し、結果として良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバが得られない。

20 【0029】また、樹脂成形材料に含有させる重合開始 剤の量は、樹脂成形材料中の一又は複数のモノマーの全 量に100モルに対して、上限は3モル、好ましくは1 モルであり、一方下限は0.003モル、好ましくは 0.1モルである。重合開始剤の含有量が上記の上限を 超えると、得られるプラスチック樹脂が線引しにくいと いう欠点を有し、一方上記の下限未満だと樹脂が未硬化 になり易いという欠点を有し、結果として良好な伝送特 性を有するプラスチック光ファイバが得られない。

【0030】本発明においては、連鎖移動剤及び重合開 60 始剤を上記範囲内において含有させかつそれぞれの量を 調節することにより各層のTgを調節する。

【0031】本発明の方法において用いる連鎖移動剤としては、メルカプト化合物が好ましく用いられ、例えば n-ブチルメルカプタン、n-ペンチルメルカプタン、 n-オクチルメルカプタンを挙げることがでる。

【0032】本発明の方法において用いる重合開始剤としては、10時間半減期温度が50℃~200℃のものが好ましく用いられ、例えばtーブチルペルオキシイソプロピルカーボネート、tーブチルペルオキシアセテート、ジtーブチルペルオキサイド、過酸化ベンゾイルを挙げることができる。

【0033】上記連鎖移動剤と重合開始剤の組み合わせは任意である、適宜選択されうる。

【0034】本発明の一つの製造方法においては、更に、プラスチック光ファイバのコア層の少なくとも一つの層を形成するための上記モノマーを含有する樹脂成形材料にドーパントを含有させることを特徴とする。これにより、より良好にTgの調整が可能であり、より良好な伝送特性を有するプラスチック光ファイバを得ることができる。

【0035】本発明において用いるドーパントの種類 は、Tgの調整という本発明の目的に合うものであれば 特に限定されないが、例えば、ジフェニルスルフィド、 フタル酸ベンジルnーブチル、安息香酸ベンジル、ジフ ェニルメタン等を挙げることができる。

【0036】本発明のもう一つの製造方法においては、 更に、プラスチック光ファイバのクラッド層及びコア層 のうちの少なくとも二つの層を形成するための上記モノ マーを含有する樹脂成形材料にドーパントを2種以上含 有させることを特徴とする。ドーパントを2種以上用い 10 を1300rpmで回転させながら、85℃で20時間 ることにより、Tgの調節がより容易となりより良好な 伝送特性を有するプラスチック光ファイバを製造するこ とが可能である。本発明のこの態様において用いられ得 るドーパントの種類は上記と同様、Tgの調整という本 発明の目的に合うものであれば特に限定されないが、例 えば、ジフェニルスルフィド、フタル酸ベンジルnーブ チル、安息香酸ベンジル、ジフェニルメタン等から2種 以上を選択して用いることができる。本発明の方法にお いては、2種以上のドーパントを用いる場合は、同じ層 を形成する樹脂成形材料に2種以上のドーパントを含有 20 させても良く、また、異なる層を形成する樹脂成形材料 に応じて加えるドーパントの種類を変えても良い。

【0037】本発明の方法は、屈折率分布が階段状にな っているプラスチック光ファイバー及びグレーテッドイ ンデックス型プラスチック光ファイバーの製造のいずれ にも好適に使用可能である。

【0038】本発明の製造方法により製造されたプラス チック光ファイバの外側に、更に屈折率がクラッド層よ りも大きい層を1層以上形成することが可能である。こ ァイバの保護がはかれる。

【0039】以下、実施例により本発明を更に詳細に説 明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものでは ない。

[0040]

【実施例】以下に示す実施例において、ガラス転移温度 は全て、DSC(MACSCIENCE社製、モデルD SC3100)を用いて、試料重量50mg, 昇温速度 10℃/分の条件にて測定した。

m 1 を水平に保持した長さ40 c m、内径18 m m の ガ ラス製円筒管内に入れ、更にメチルメタクリレート10 0重量部に対して連鎖移動剤として n - ブチルメルカプ タンを0.40重量部及び重合開始剤として t - ブチル ペルオキシイソプロピルカーボネートを0.80重量部 を添加した後、円筒管の開口部をゴム栓でシールし、次 いで円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃ で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径1 8mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートから

外層となるべきこの重合管のTgは、90℃であった。 【0042】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ ルスルフィドを重量比で31:5に混合した混合溶液を 用意し、これを97m1(これを100重量部とす る)、前記で製造した重合管に入れ、更に、メチルメタ クリレート100重量部に対して連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを 0.15重量部及び重合開始剤と して
も
ー
ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを 0.50重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管 大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径 10mmの重合管が得られた。重合管の内層のTgは、 75℃であった。

【0043】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ ルスルフィドを重量比で4:1に混合した混合溶液を用 意し、これを80m1、前記で製造した重合管に入れ、 上記と同じ操作をした結果、外径18mm、内径4mm のプラスチック製円筒管(母材)が得られた。円筒管の 最内層のTgは、55℃であった。

【0044】上記操作で得たプラスチック円筒管の片端 をテープで封止し、管内の圧力を660mmHgの減圧 状態に保ちながら、円筒管(母材)を30 rpmで回転 させながら、片端から180℃に加熱し母材を中実化し た。この中実化した母材を、張力50gにて250°Cで 熱延伸し、直径O. 75mmのグレーテッドインデック ス型プラスチック光ファイバ(GI-POF)を製造し た。この光ファイバの伝送損失を、白色光源(安藤電気 製、AQ-4303B)及びスペクトルアナライザ(安 藤電気製、AQ-6315B)を用いて測定した。その のようないわゆるジャケット層によりプラスチック光フ 30 結果、伝送損失は波長650nmにおいて160dB/ kmという高い光学特性を有していることが判った。 【0045】(比較例1)メチルメタクリレート120

m1を水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円 筒管内に入れ、更にメチルメタクリレート100重量部 に対して連鎖移動剤としてnーブチルメルカプタンを O. 1 重量部及び重合開始剤として t - ブチルペルオキ シイソプロピルカーボネートを0.30重量部を加えた 後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転 させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合させ 【0041】(実施例1)メチルメタクリレート120 40 た。その結果、外径18mm、内径14mmのポリメチ ルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラスチ ック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管のTg は、108℃であった。

【0046】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ ルスルフィドを重量比で31:5に混合した混合溶液を 用意し、これを97m1、前記で製造した重合管に入 れ、更にメチルメタクリレート100重量部に対して、 連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0.15重 量部及び重合開始剤としてtーブチルペルオキシイソプ なる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最 50 ロピルカーボネートを0.50重量部を加えた後、開口

部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させなが ら、85℃で20時間大気下で熱重合させた。その結 果、外径18mm、内径10mmの重合管が得られた。 重合管の内層のTgは、75℃であった。

【0047】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ ルスルフィドを重量比で4:1に混合した混合溶液を用 意し、これの80m1を前記で製造した重合管に入れ、 更に上記と同じ操作とした結果、外径18mm、内径4 mmのプラスチック製円筒管(母材)が得られた。円筒 管の最内層のTgは、55℃であった。

【0048】実施例1と同様の方法で、上記操作で得た プラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。 この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径 O. 75mmのGI-POFを製造した。この光ファイ バの伝送損失を、実施例1と同様にして測定したとこ ろ、波長650nmにおいて240dB/kmであっ た。

【0049】(実施例2)メチルメタクリレート120 m 1 を水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円 筒管内に入れ、次いで、メチルメタクリレート100重 20 量部に対して、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタ ンを0.50重量部、及び重合開始剤として t ープチル ペルオキシイソプロピルカーボネートを1.0重量部を 加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rpm で回転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合 させた。その結果、外径18mm、内径14mmのポリ メチルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラ スチック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管の Tgは、85℃であった。

【0050】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ 30 ルスルフィドをそれぞれ重量比で31:5に混合した混 合溶液を用意し、これを97m1、前記で製造した重合 管に入れ、更にメチルメタクリレート100重量部に対 して、連鎖移動剤として n - ブチルメルカプタンを 0. 15重量部及び重合開始剤として t - ブチルペルオキシ イソプロピルカーボネートを〇.50重量部を加えた 後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転 させながら、85℃で20時間大気下で熱重合させた。 その結果、外径18mm、内径10mmの重合管が得ら れた。重合管の内層のTgは、75℃であった。

【0051】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ ルスルフィドを重量比で4:1に混合した混合溶液を用 意し、上記と同様の操作をした。その結果、外径18m m、内径4mmのプラスチック製円筒管(母材)が得ら れた。円筒管の最内層のTgは、55℃であった。

【0052】実施例1と同様の方法で、上記操作で得た プラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。 この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径 0.75mmのグレーテッドインデックス型プラスチッ

イバの伝送損失を、白色光源(安藤電気製、AQ-43 03B) 及びスペクトルアナライザ (安藤電気製、AQ -6315B)を用いて測定した。その結果、伝送損失 は波長650nmにおいて150dB/kmという高い

光学特性を有していることが判った。

は、90℃であった。

1.0

【0053】(比較例2)メチルメタクリレートと2, 2,2-トリフルオロエチルメタクリレートを体積比で 8:1で混合した混合溶液を用意し、これを120ml を水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円筒管 10 内に入れ、更にメチルメタクリレート及び2,2,2-トリフルオロエチルメタクリレートの合計100重量部 に対して、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを 0.15重量部及び重合開始剤としてもーブチルペルオ キシイソプロピルカーボネートを0.50重量部を加え た後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回 転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重合させ た。その結果、外径18mm、内径14mmのポリメチ ルメタクリレートからなる重合管が得られた。プラスチ ック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管のTg

【0054】次いで、メチルメタクリレート97mlを 前記で製造した重合管に入れ、更にメチルメタクリレー ト100重量部に対して、連鎖移動剤として n-ブチル メルカプタンを0.15重量部及び重合開始剤として t -ブチルペルオキシイソプロピルカーボネートを0.3 0重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒管を13 00rpmで回転させながら、85℃で20時間大気下 で熱重合させた。その結果、外径18mm、内径10m mの重合管が得られた。重合管の内層のTgは、108 **℃**であった。

【0055】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ ルスルフィドを重量比で4:1に混合した混合溶液を用 意し、これを80m1、前記で製造した重合管に入れ、 メチルメタクリレート及びジフェニルスルフィドの合計 100重量部に対して、重合開始剤としてジーセーブチ ルペルオキサイドを0.05重量部のみを加えた後、開 口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転させな 更に上記と同じ操作とした結果、外径18mm、内径4 mmのプラスチック製円筒管(母材)が得られた。円筒 40 管の最内層のTgは、40℃であった。

【0056】実施例1と同様の方法で、上記操作で得た プラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。 この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径 75mmのGI-POFを製造した。この光ファイ バの伝送損失を、実施例1と同様にして測定したとこ ろ、波長650nmにおいて300dB/kmであっ

【0057】(実施例3)2,2,2ートリフルオロエ チルメタクリレート120mlを水平に保持した長さ4 ク光ファイバ(GI-POF)を製造した。この光ファ 50-Ocm、内径18mmの円筒管内に入れ、連鎖移動剤と

して n - ブチルメルカプタンを 0.12 重量部及び重合 開始剤として
もーブチルペルオキシイソプロピルカーボ ネートを0.30重量%を加えた後、開口部をシール し、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃ で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径1 8mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートから なる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最 外層となるべきこの重合管のTgは、78℃であった。 【0058】次いで、2,2,2-トリフルオロエチル メタクリレートとメチルメタクリレートをそれぞれ体積 10 れた。重合管の内層のTgは、80℃であった。 比で7:1に混合した混合溶液を用意し、これを97m 1、前記で製造した重合管に入れ、連鎖移動剤として n -ブチルメルカプタンを0.12重量部及び重合開始剤 として
セーブチルペルオキシイソプロピルカーボネート を0.30重量部を加えた後、開口部をシールし、円筒 管を1300rpmで回転させながら、85℃で20時 間大気下で熱重合させた。その結果、外径18mm、内 径10mmの重合管が得られた。重合管の内層のTg は、83℃であった。

【0059】次いで、2,2,2-トリフルオロエチル 20 メタクリレートとメチルメタクリレートを体積比で3: 1に混合した混合溶液を用意し、これを80m1、前記 で製造した重合管に入れ、上記と同様の操作をした。そ の結果、外径18mm、内径4mmのプラスチック製円 筒管(母材)が得られた。円筒管の最内層のTgは、8 **8℃**であった。

【0060】実施例1と同様の方法で、上記操作で得た プラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。 この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径 O. 75mmのグレーテッドインデックス型プラスチッ 30 ク光ファイバ(GI-POF)を製造した。この光ファ イバの伝送損失を、白色光源(安藤電気製、AQ-43 03B) 及びスペクトルアナライザ (安藤電気製、AQ -6315B)を用いて測定した。その結果、伝送損失 は波長650mmにおいて140dB/kmという高い 光学特性を有していることが判った。

【0061】(実施例4)メチルメタクリレートと2. 2.2-トリフルオロエチルメタクリレートを体積比で 8:1に混合した混合用液を用意し、この120mlを 水平に保持した長さ40cm、内径18mmの円筒管内 40 に入れ、次いで、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプ タンを 0.15 重量部及び重合開始剤として t - ブチル ペルオキシイソプロピルカーボネートを〇.50重量部 を加えた後、開口部をシールし、円筒管を1300rp mで回転させながら、85℃で20時間、大気下で熱重 合させた。その結果、外径18mm、内径14mmのポ リメチルメタクリレートからなる重合管が得られた。プ ラスチック光ファイバーの最外層となるべきこの重合管 のTgは、90℃であった。

【0062】次いで、メチルメタクリレートとフタル酸 50 た。その結果、円筒管の最外層にクラッド層を形成し

ベンジルー n - ブチルを重量比で15:2に混合した混 合溶液を用意し、これを97m1、前記で製造した重合 管に入れ、更にメチルメタクリレート100重量部に対 して、連鎖移動剤としてn-ブチルメルカプタンを0. 15重量部及び重合開始剤として t - ブチルペルオキシ イソプロピルカーボネートを0.50重量部を加えた 後、開口部をシールし、円筒管を1300rpmで回転 させながら、85℃で20時間大気下で熱重合させた。 その結果、外径18mm、内径10mmの重合管が得ら

【0063】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ ルスルフィドを重量比で6:1に混合した混合溶液を用 意し、これを80ml、前記で製造した重合管に入れ、 上記と同様の操作をした。その結果、外径18mm、内 径4mmのプラスチック製円筒管(母材)が得られた。 円筒管の最内層のTgは、70℃であった。

【0064】実施例1と同様の方法で、上記操作で得た プラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。 この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径 0.75mmのグレーテッドインデックス型プラスチッ ク光ファイバ (GI-POF)を製造した。この光ファ イバの伝送損失を、白色光源(安藤電気製、AQ-43 03B) 及びスペクトルアナライザ (安藤電気製、AQ -6315B)を用いて測定した。その結果、伝送損失 は波長650mmにおいて140dB/kmという高い 光学特性を有していることが判った。

【0065】(実施例5)メチルメタクリレートとジフ ェニルスルフィドを重量比で31:5に混合した混合溶 液を用意し、これの120mlを水平に保持した長さ4 0 c m、内径18 m m の円筒管内に入れ、次いで、メチ ルメタクリレート100重量部に対して、連鎖移動剤と してn-ブチルメルカプタンを0.15重量部及び重合 開始剤としてt-ブチルペルオキシイソプロピルカーボ ネートを0.50重量部を加えた後、開口部をシール し、円筒管を1300rpmで回転させながら、85℃ で20時間、大気下で熱重合させた。その結果、外径1 8mm、内径14mmのポリメチルメタクリレートから なる重合管が得られた。プラスチック光ファイバーの最 外層となるべきこの重合管のTgは、75℃であった。 【0066】次いで、メチルメタクリレートとジフェニ ルスルフィドを重量比で4:1に混合した混合溶液を用 意し、これを97m1、前記で製造した重合管に入れ、 上記と同様の操作をした結果、外径18mm、内径4m mの重合管が得られた。重合管の内層のTgは、55℃ であった。

【0067】次いで、上記の操作で製造した重合管を回 転させながら、ワニス状にしたポリメチルメタクリレー トを片端から、10cm/分の速度にて吹き付け、その 後、120℃で乾燥させた。この操作を50回繰り返し

13

た。クラッド層のTgは、95℃であった。

【0068】実施例1と同様の方法で、上記操作で得た プラスチック円筒管の片端を封止し母材を中実化した。 この中実化した母材を、張力50gで熱延伸し、直径 0.75mmのグレーテッドインデックス型プラスチッ ク光ファイバ(GI-POF)を製造した。この光ファ イバの伝送損失を、白色光源(安藤電気製、AQ-43 03B) 及びスペクトルアナライザ (安藤電気製、AQ -6315B)を用いて測定した。その結果、伝送損失* *は波長650nmにおいて170dB/kmという高い 光学特性を有していることが判った。

【0069】実施例1~5及び比較例1~2の、各層の Tg、最大のTgと最小のTgの差(△Tg)、隣接す る層間のTgの差及び伝送損失を表1に示す。

【0070】また、最大のTgと最小のTgの差(△T g)と伝送損失の関係を図2に示す。

[0071]

【表1】

| | Emiliary Establishment | | | | | | | | | | |
|------|------------------------|--------------|-------------------------|-------------|------------------------|-------------|------------|--|--|--|--|
| | ΔΤg | クラット層 のTg | クラット層と コア外層との ΔTg | 27外層の Tg | 37外層と 37内層との ATg | コ7内層 のTg | 伝送損失 | | | | |
| 実施例1 | 35℃ | 90℃ | 15℃ | 75℃ | 20℃ | 55℃ | ·160 dB/km | | | | |
| 比較例1 | 53℃ | 108℃ | 33℃ | 75℃ | 20℃ | 55℃ | 240 dB/km | | | | |
| 実施例2 | 30℃ | 85℃ | 10℃ | 75℃ | 20℃ | 55℃ | 150 dB/km | | | | |
| 比較例2 | 68°C | 90℃ | 18℃ | 108℃ | 68℃ | 40℃ | 300 dB/km | | | | |
| 実施例3 | 10℃ | . 78℃ | 5℃ | 83°C | 5℃ | 88°C | 140 dB/km | | | | |
| 実施例4 | 20°C | 90℃ | 10℃ | 80℃ | 10℃ | 70℃ | 140 dB/km | | | | |
| 実施例5 | 40℃ | 95℃ | 20℃ | 75℃ | 20℃ | 55℃ | 170 dB/km | | | | |

【0072】前記表及び図2より、本発明の方法により 製造されたプラスチック光ファイバの伝送特性が優れて いることが判った。

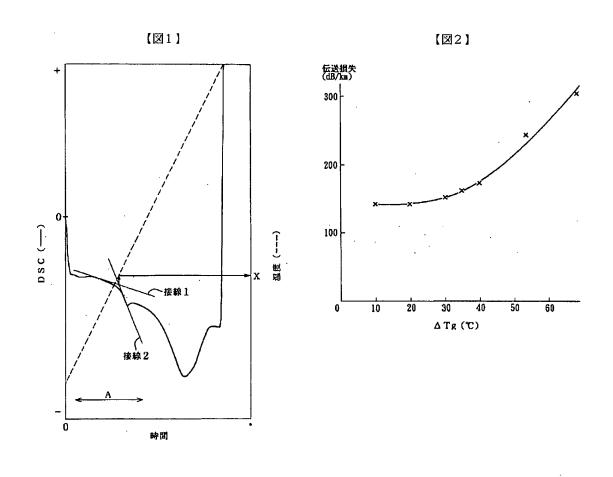
[0073]

【発明の効果】本発明のプラスチック光ファイバは、線 引工程において、各層のTgの差に基づく欠点、例えば 発泡を生じることがないので、良好な光学特性、たとえ 30 の差 (△Tg)に対して伝送損失をプロットした図であ ば良好な伝送損失を示す。その結果、より少ない伝送損 失が求められ種々の分野において特に有用である。

※【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、Tgの測定において現れるDSCのパ ターンと、そのパターンからのTgの検出を模式的に示 したものである。

【図2】図2は、実施例1~5及び比較例1~2のプラ スチック光ファイバについて、最大のTgと最小のTg



フロントページの続き

(72)発明者 松田 裕男 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電 気工業株式会社横浜製作所内